

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-238613  
(43)Date of publication of application : 31.08.1999

(51)Int.Cl. H01F 1/24

(21)Application number : 10-085688 (71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD  
(22)Date of filing : 31.03.1998 (72)Inventor : MIDO YUJI  
MATSUTANI SHINYA

(30)Priority  
Priority number : 09101415 Priority date : 18.04.1997 Priority country : JP  
09107009 24.04.1997  
09347470 17.12.1997 JP  
JP

## (54) COMPOUND MAGNETIC MATERIAL AND ITS MANUFACTURE

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain satisfactory DC overlay characteristics in high permeability at low core loss by a method, wherein the adjacent distance between mutual magnetic powder is controlled by a spacing material of a compound magnetic material.

**SOLUTION:** A mixture, comprising magnetic powder and a spacing material, is compression-molded to produce a compound magnetic material. At this time, the adjacent distance between mutual magnetic powders is controlled by the spacing material. The permeability of the magnetic powder is specified to be large than that of the spacing material. Furthermore, the distance 8 between adjacent magnetic powder is satisfied at least in 70% or more of the whole magnetic powder satisfying  $10 \leq d/d \leq 10^{-1}$ , wherein the mean particle diameter is set to be (d). The magnetic powder contains at least one kind or more from among ferro-magnetic bodies, e.g. Fe base, FeSi based powder, FeAl Si based, powder FeNi based powder, permendur amorphous, nano fine crystal, and a mean particle diameter of the magnetic powder is set at most at 100  $\mu\text{m}$ .

(51) Int. Cl. <sup>a</sup> H01F 1/24	識別記号	F I H01F 1/24
---	------	------------------

審査請求 未請求 請求項の数18 O L (全11頁)

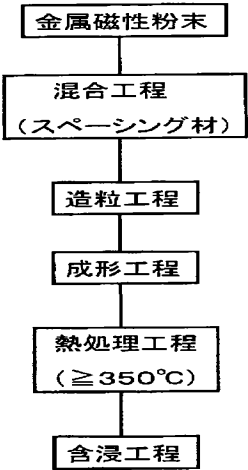
(21) 出願番号	特願平10-85688	(71) 出願人	000005821 松下電器産業株式会社 大阪府門真市大字門真1006番地
(22) 出願日	平成10年(1998) 3 月31日	(72) 発明者	御堂 勇治 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器 産業株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願平9-101415	(72) 発明者	松谷 伸哉 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器 産業株式会社内
(32) 優先日	平 9 (1997) 4 月18日	(74) 代理人	弁理士 滝本 智之 (外 1 名)
(33) 優先権主張国	日本 ( J P )		
(31) 優先権主張番号	特願平9-107009		
(32) 優先日	平 9 (1997) 4 月24日		
(33) 優先権主張国	日本 ( J P )		
(31) 優先権主張番号	特願平9-347470		
(32) 優先日	平 9 (1997) 12月17日		
(33) 優先権主張国	日本 ( J P )		

(54) 【発明の名称】 複合磁性材料およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 チョークコイルなどに用いられる高性能な金属系圧粉磁芯に関するもので、コア損失が低く透磁率が高くかつ良好な直流重畳特性を有する複合磁性材料を提供することを目的とする。

【解決手段】 磁性粉末とスペーシング材からなる混合物を圧縮成形した際に得られる複合磁性材料であって、スペーシング材により磁性粉末同士の隣り合う距離を制御することで、コア損失が低く透磁率が高くかつ優れた直流重畳特性を有する複合磁性材料を提供する。



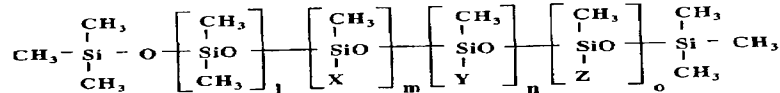
## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 磁性粉末 A とスペーシング材 B からなる混合物を圧縮成形した際に得られる複合磁性材料であって、スペーシング材 B により磁性粉末 A 同士の隣り合う距離  $\delta$  が制御されていることを特徴とする複合磁性材料。

【請求項 2】 磁性粉末 A の透磁率がスペーシング材 B より大きいことを特徴とする請求項 1 記載の複合磁性材料。

【請求項 3】 磁性粉末 A 同士の隣り合う距離  $\delta$  が、磁性粉末の平均粒径を  $d$  とすると、 $10^{-3} \leq \delta / d \leq 10^{-1}$  である関係を全体の磁性粉末の 70% 以上で満足していることを特徴とする請求項 1 記載の複合磁性材料。

【請求項 4】 磁性粉末 A として、Fe 系、FeSi 系、FeAlSi 系、FeNi 系、パーメンジュール、アモルファス、ナノ微結晶の強磁性体のうちの少なくとも 1 種類以上を含んでいることを特徴とする請求項 1 記載の複合磁性材料。

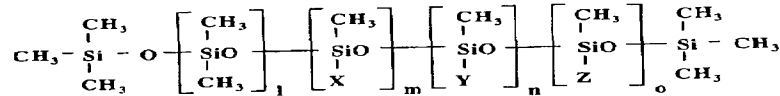


で示される請求項 1 記載の複合磁性材料。但し、上記一般式において X はアルコキシシリル基、Y は有機官能基、Z は有機ユニットである。

【請求項 1 1】 スペーシング材 B が金属粉末である請求項 1 記載の複合磁性材料。

【請求項 1 2】 スペーシング材 B として用いる金属粉末の平均粒径が  $20 \mu\text{m}$  以下であることを特徴とする請求項 1 記載の複合磁性材料。

【請求項 1 3】 スペーシング材 B として、次の a、



但し、上記一般式において X はアルコキシシリル基、Y は有機官能基、Z は有機ユニットである。c は金属粉末。

【請求項 1 4】 請求項 1 記載の複合磁性材料を絶縁性含浸剤で含浸したことを特徴とする複合磁性材料。

【請求項 1 5】 空孔率が全体の 5 vol% 以上 50 vol% 以下である複合磁性材料を絶縁性含浸剤で含浸したことを特徴とする請求項 1 4 記載の複合磁性材料。

【請求項 1 6】 磁性粉末 A とスペーシング材 B からなる混合物を圧縮成形後、熱処理する複合磁性材料の製造方法であって、スペーシング材 B により磁性粉末 A 同士の隣り合う距離  $\delta$  が制御されていることを特徴とする複合磁性材料の製造方法。

【請求項 5】 磁性粉末 A の平均粒径が  $100 \mu\text{m}$  以下の請求項 1 記載の複合磁性材料。

【請求項 6】 スペーシング材 B として、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{CaO}$  の無機物のうち少なくとも 1 種類以上含むことを特徴とする請求項 1 記載の複合磁性材料。

【請求項 7】 スペーシング材 B として用いる無機物の平均粒径が  $10 \mu\text{m}$  以下であることを特徴とする請求項 1 記載の複合磁性材料。

10 【請求項 8】 スペーシング材 B が有機物である請求項 1 記載の複合磁性材料。

【請求項 9】 スペーシング材 B として用いる有機物がシリコン樹脂粉末、あるいはフッ素樹脂粉末、あるいはベンゾクアナミン樹脂粉末のいずれかである請求項 1 記載の複合磁性材料。

【請求項 1 0】 スペーシング材 B が、一般式  
【化 1】

b、c のうち少なくとも 2 種類以上含むことを特徴とする請求項 1 記載の複合磁性材料。a は  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{CaO}$  のうち少なくとも 1 種類以上の無機物。b はシリコン樹脂粉末、あるいはフッ素樹脂粉末、あるいはベンゾクアナミン樹脂粉末、あるいは以下の一般式で示される化合物のうち少なくとも 1 種類以上の有機物。

【化 2】

【請求項 1 7】 スペーシング材 B が熱処理温度よりその融点が高い金属粉末である請求項 1 6 記載の複合磁性材料の製造方法。

40 【請求項 1 8】 熱処理を  $350^\circ\text{C}$  以上の温度で行うことを特徴とする請求項 1 6 記載の複合磁性材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、チョークコイル等に用いられる高性能な金属系複合磁性材料に関し、特に磁芯用の軟磁性材料として用いられる複合磁性材料およびその製造方法に関するものである。

50 【0002】

【従来の技術】近年、電気・電子機器の小型化が進み、小型で高効率の磁性材料が要求されており、高周波で用いられるチョークコイルとしては、フェライト磁芯や圧粉磁芯が使用されている。これらのうち、フェライト磁芯は飽和磁束密度が小さいという欠点を有している。これに対して、金属磁性粉を成形して作製される圧粉磁芯は、軟磁性フェライトに比べて著しく大きい飽和磁束密度を有しているため小型化に有利であるが、透磁率および電力損失についてはフェライトより優れているとはいえず、そのためチョークコイルやインダクターに使用するコアでは、コア損失が大きい分コアの温度上昇が大きくなるため、小型化が図りにくいものであった。

【0003】圧粉磁芯のコア損失は、通常ヒステリシス損失と渦電流損失よりなるが、渦電流損失は、周波数の二乗と渦電流が流れるサイズの二乗に比例して増大するので、磁性粉末表面に電気絶縁性樹脂等を覆うことにより渦電流の発生を抑制するようにしている。一方、ヒステリシス損失は、圧粉磁芯の成形密度をあげるために通常  $5 \text{ ton/cm}^2$  以上の成形圧力を加える必要があり、そのため磁性体として歪みが増大するとともに透磁率が劣化して、ヒステリシス損失が増大してしまうものであった。これを回避するために、必要に応じて歪みを解放するために成形後熱処理を施すことが行われるが、高温の熱処理が必要な場合は、磁性粉末を絶縁し、しかも粉体同士の結着を保つために絶縁性の結着剤が不可欠であった。

【0004】従来圧粉磁芯の結着剤として使用されるエポキシ樹脂、フェノール樹脂、塩化ビニル樹脂等のほとんど有機系樹脂は歪みを開放するために高温熱処理を施すとその耐熱性が低く熱分解されるために使用が不可能であり、無機系バインダー等を使用する必要がある。無機バインダーとしては、珪酸塩系水ガラス、特開平 1 - 2 1 5 9 0 2 号公報に記載のアルミナセメント、特開平 6 - 2 9 9 1 1 4 号公報に記載のボロシロキサン樹脂、特開平 6 - 3 4 2 7 1 4 号公報に記載のシリコン樹脂および特開平 8 - 4 5 7 2 4 号公報に記載のシリコン樹脂と有機チタン混合等の提案がなされている。

【0005】また、直流重畳特性を確保するために従来のフェライト等の磁芯は、磁路を妨げる垂直方向に数  $100 \mu\text{m}$  のギャップを設けることにより、直流重畳時のインダクタンス  $L$  値の低下を低減している。しかし、このような広いギャップは、うなり音の発生源となる他、ギャップからの漏洩磁束が特に高周波数で巻線に銅損失の著しい増加をもたらすものであった。一方、圧粉磁芯は透磁率が低いためにギャップ無しで使用し、そのためにうなり音また漏洩磁束による銅損失は小さい。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】従来ギャップ入り磁芯は、直流重畳電流に対してインダクタンス  $L$  値はあるところより急激に低下するのに対し、圧粉磁芯は直流重畳

電流に対してなだらかに低下するが、これは、圧粉磁芯の内部に存在する磁気スペースに分布幅があるためと考えられる。このため、優れた直流重畳特性を確実に確保するためには必要最低限以上の大きさの磁気スペースが必要となり、磁芯全体として透磁率の低下は避けられない。また、高周波数でコア損失が大きい場合、見掛け上直流重畳時は良好であるが、これは損失が大きいほど見掛けの透磁率が増加するため、低コア損失で良好な直流重畳特性を両立することは難しい。

10 【0007】本発明は上記従来の欠点を除去し、低いコア損失で透磁率が高くかつ良好な直流重畳特性を有する複合磁性材料を提供することを目的とするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために本発明は、磁性粉末 A とスペーシング材 B からなる混合物を圧縮成形した際に得られる複合磁性材料であって、スペーシング材 B により磁性粉末 A 同士の隣り合う距離  $\delta$  が制御されていることを特徴とする複合磁性材料である。

20 【0009】ここで、磁性粉末 A の透磁率がスペーシング材 B より大きいことが好ましく、磁性粉末 A 同士の隣り合う距離  $\delta$  が、磁性粉末の平均粒径を  $d$  とすると、 $10^{-3} \leq \delta/d \leq 10^{-1}$  である関係を全体の磁性粉末の 70% 以上で満足していることが好ましい。

【0010】本発明によれば、高い周波数でも低いコア損失で透磁率が高くかつ良好な直流重畳特性を有する複合磁性材料を得ることができる。

【0011】

30 【発明の実施の形態】本発明の請求項 1 記載の発明は、磁性粉末 A とスペーシング材 B からなる混合物を圧縮成形した際に得られる複合磁性材料であって、スペーシング材 B により磁性粉末 A 同士の隣り合う距離  $\delta$  が制御されていることを特徴とする複合磁性材料であり、スペーシング材 B を用いることにより、磁性粉末 A 同士の必要最低限のスペース長を確保するとともに、全体としては磁気スペース分布幅を狭めることで高透磁率を維持したまま、優れた重畳特性を実現できる。また、磁性粉末を確実に隔離することにより渦電流損失も低減できる。

40 【0012】請求項 2 に記載の発明は、磁性粉末 A の透磁率がスペーシング材 B より大きいことを特徴とする請求項 1 記載の複合磁性材料であり、磁性粉末 A より透磁率が小さなスペーシング材 B を用いることで、スペーシング材が磁気スペースとなり磁性粉末同士の距離  $\delta$  を変化させ、複合磁性材料の透磁率、直流重畳特性を制御することができる。

50 【0013】請求項 3 に記載の発明は、磁性粉末 A 同士の隣り合う距離  $\delta$  が、磁性粉末の平均粒径を  $d$  とすると、 $10^{-3} \leq \delta/d \leq 10^{-1}$  である関係を全体の磁性粉末の 70% 以上で満足していることを特徴とする請求項 1 記載の複合磁性材料であり、スペーシング材 B の種

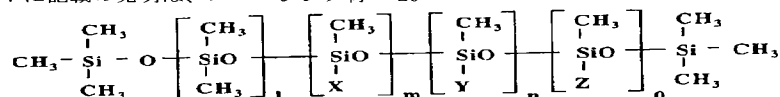
類、粒径、粒度分布等で  $\delta$  を変化させ、複合磁性材料の透磁率、直流重畳特性を制御することができる。

【0014】請求項4に記載の発明は、磁性粉末Aとして、Fe系、FeSi系、FeAlSi系、FeNi系、パーメンジュール、アモルファス、ナノ微結晶の強磁性体のうちの少なくとも1種類以上を含んでいることを特徴とする請求項1記載の複合磁性材料であり、これらの金属磁性体は、飽和磁束密度、透磁率ともに高く、アトマイズ粉、粉碎粉等で安易に手に入り高性能な複合磁性材料が得られる。

【0015】請求項5に記載の発明は、磁性粉末Aの平均粒径が  $100\mu\text{m}$  以下の請求項1記載の複合磁性材料であり、渦電流の低減に効果的である。

【0016】請求項6に記載の発明は、スペーシング材Bとして、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{CaO}$  の無機物のうち少なくとも1種類以上含むことを特徴とする請求項1記載の複合磁性材料であり、これらの無機物は、熱処理でも磁性粉末と反応しにくくスペーシング材として効果的である。

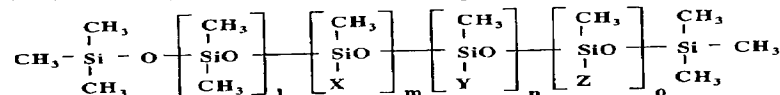
【0017】請求項7に記載の発明は、スペーシング材



【0022】但し、上記一般式においてXはアルコキシシリル基、Yは有機官能基、Zは有機ユニットである。で示される請求項1記載の複合磁性材料であり、スペーシング材として磁性粉末Aを覆うとともに結合剤の弾性を低下させ粉末性成形性を向上する。

【0023】請求項11記載の発明は、スペーシング材Bが金属粉末である請求項1記載の複合磁性材料であり、金属粉末により磁性粉末A同士の隣り合う距離 $\delta$ を制御でき、複合磁性材料の透磁率、直流重畳特性を制御することができる。また、金属材料は圧縮成形時に変形しやすく磁性粉末A同士を結着する効果も期待できるために圧縮成形物の強度が高い。

【0024】請求項12記載の発明は、スペーシング材Bとして用いる金属粉末の平均粒径が  $20\mu\text{m}$  以下であることを特徴とする請求項1記載の複合磁性材料であ



【0029】但し、上記一般式においてXはアルコキシシリル基、Yは有機官能基、Zは有機ユニットである。

【0030】cは金属粉末。スペーシング材Bにより磁性粉末A同士の隣り合う距離 $\delta$ を制御するため、スペーシング材の種類の組み合わせにより複合磁性材料の透磁

Bとして用いる無機物の平均粒径が  $10\mu\text{m}$  以下であることを特徴とする請求項1記載の複合磁性材料であり、磁性粉末A同士の隣り合う距離 $\delta$ の分布を小さくでき、直流重畳特性が良好化する。

【0018】請求項8に記載の発明は、スペーシング材Bが有機物である請求項1記載の複合磁性材料であり、有機物により磁性粉末A同士の隣り合う距離 $\delta$ を制御でき、複合磁性材料の透磁率、直流重畳特性を制御することができる。

10 【0019】請求項9に記載の発明は、スペーシング材Bとして用いる有機物がシリコン樹脂粉末、あるいはフッ樹脂粉末、あるいはベンゾクアナミン樹脂粉末のいずれかである請求項1記載の複合磁性材料であり、耐熱性が高いために熱処理工程後もスペーシング材としての効果を維持出来る。

【0020】請求項10記載の発明は、スペーシング材Bが、一般式

【0021】

【化3】

り、磁性粉末A同士の隣り合う距離 $\delta$ の分布を小さくでき、直流重畳特性が良好化する。

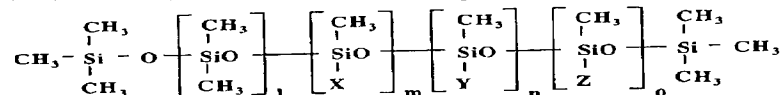
【0025】請求項13記載の発明は、スペーシング材Bとして、次のa、b、cのうち少なくとも2種類以上含むことを特徴とする請求項1記載の複合磁性材料である。

【0026】aは $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{CaO}$  のうち少なくとも1種類以上の無機物。

【0027】bはシリコン樹脂粉末、あるいはフッ樹脂粉末、あるいはベンゾクアナミン樹脂粉末、あるいは以下の一般式で示される化合物のうち少なくとも1種類以上の有機物。

【0028】

【化4】



率、直流重畳特性を制御することができる。

【0031】請求項14記載の発明は、請求項1記載の複合磁性材料を絶縁性含浸剤で含浸したことを特徴とする複合磁性材料であり、強度の向上、金属磁性体の防錆、表面高抵抗化などに有効である。

【 0 0 3 2 】請求項 1 5 記載の発明は、空孔率が全体の 5 v o l % 以上 5 0 v o l % 以下である複合磁性材料を絶縁性含浸剤で含浸したことを特徴とする請求項 1 4 記載の複合磁性材料であり、コア内部まで含浸剤が入り込み機械的強度、信頼性ともに向上する。

【 0 0 3 3 】請求項 1 6 記載の発明は、磁性粉末 A とスペーシング材 B からなる混合物を圧縮成形後、熱処理する複合磁性材料の製造方法であって、スペーシング材 B により磁性粉末 A 同士の隣り合う距離  $\delta$  が制御されていることを特徴とする複合磁性材料の製造方法であり、成形時に受けた歪みを除去し、ヒステリシス損失を低減できる。

【 0 0 3 4 】請求項 1 7 記載の発明は、スペーシング材 B が熱処理温度よりその融点が高い金属粉末である請求項 1 6 記載の複合磁性材料の製造方法であり、熱処理時に熔融も起こらないためにスペーシング材として有効であり、磁性粉末 A 同士の隣り合う距離が制御できる。

【 0 0 3 5 】請求項 1 8 記載の発明は、熱処理を 3 5 0 °C 以上の温度で行うことを特徴とする請求項 1 6 記載の複合磁性材料の製造方法であり、圧縮成形後の成形物を 3 5 0 °C 以上の温度で熱処理することで、ヒステリシス損失を低減する。

【 0 0 3 6 】以下、本発明の一実施の形態について説明する。

( 実施の形態 1 ) 使用した金属磁性粉の純鉄は純度 9 9 . 6 %、Fe - Al - Si はセンダスト組成である Si - 9 %、Al - 5 %、残部 Fe、Fe - Si は Si - 3 . 5 %、残部 Fe、Fe - Ni は Ni - 7 8 . 5 %、残部 Fe、パーメンジュールは Co - 5 0 %、残部 Fe であり、それぞれ平均粒径 1 0 0  $\mu$  m 以下のアトマイズ粉であり、Fe 基アモルファス粉は Fe - Si - B 合金、ナノ微結晶磁性粉は Fe - Si - B - Cu 合金を液体急冷法でリボンを作製後、粉砕してそれぞれ平均粒径

1 0 0  $\mu$  m 以下の粉体を得た。スペーシング材に用いた無機物は 5  $\mu$  m 以下の粒径を用いた。

【 0 0 3 7 】混合工程

金属磁性粉末 1 0 0 重量部に対しスペーシング材 1 重量部と結着剤としてブチラール樹脂 3 重量部と結着剤溶解用溶剤としてエタノール 1 重量部を混合攪拌機にて混合した。なお、酸化性の高い金属粉末を用いる場合は窒素など非酸化性雰囲気中に制御しながら混合工程を行うことが好ましい。

10 【 0 0 3 8 】造粒工程

混合工程終了後、その混合物から溶剤を脱気乾燥する。乾燥後の混合物を粉砕し成形機に導入出来る流動性を確保するために造粒し、造粒粉を作製した。

【 0 0 3 9 】成形工程

この造粒粉を一軸プレスにて、1 0 t / c m<sup>2</sup> の加圧力で 3 秒間加圧成型し、外径 2 5 mm、内径 1 5 mm、厚み約 1 0 mm のトロイダル形状の成形体を得た。

【 0 0 4 0 】熱処理工程

その後、窒素雰囲気中で熱処理を施した。なお、温度保持時間は 0 . 5 時間とした。

20 【 0 0 4 1 】( 表 1 ) に示すような金属磁性粉、スペーシング材の種類、および熱処理温度でサンプル 1 ~ 1 8 ( 実施例 ) とサンプル 1 9 ~ 2 2 ( 比較例 ) を作製した。このようにして得られたサンプルについて透磁率、コア損失、直流重畳を測定した。透磁率は、LCR メーターで周波数 1 0 k H z で測定し、コア損失は交流 B - H カーブ測定機を用いて測定周波数 5 0 k H z、測定磁束密度 0 . 1 T で測定を行い、直流重畳特性は測定周波数 5 0 k H z で直流磁界が 1 6 0 0 A / m の時の L 値の変化率で示している。

【 0 0 4 2 】評価結果を ( 表 1 ) に示す。

【 0 0 4 3 】

【 表 1 】

30

	サン プ ル No.	金属磁性粉	スペー シ ン グ 材	熱 処 理 温 度 (°C)	透磁率	コア損失 (kW/m <sup>2</sup> )	直流重畳 (%)
実施例	1	Fe-Al-Si	SiO <sub>2</sub>	750	91	721	88
	2	純鉄			82	622	92
	3	Fe-Si			131	865	86
	4	Fe-Ni			163	733	75
	5	パーメンジュール			68	798	83
	6	Fe-Al-Si			92	706	85
	7	Fe-Al-Si			88	622	83
	8	Fe-Al-Si			89	797	88
	9	Fe-Al-Si			96	700	84
	10	Fe-Al-Si			94	811	85
	11	Fe-Ni	TiO <sub>2</sub>	650	90	776	91
	12	Fe-Si		500	95	803	88
	13	Fe-Si		700	144	621	84
	14	Fe-Si		900	153	623	78
	15	アモルファス		350	106	643	85
	16	アモルファス		500	110	699	84
	17	ナノ微結晶		無し	81	805	73
	18	ナノ微結晶		350	99	476	88
比較例	19	Fe-Al-Si	無し	750	96	1260	60
	20	Fe-Si	TiO <sub>2</sub>	無し	22	1905	91
	21	Fe-Si		300	36	1520	91
	22	アモルファス		300	40	1350	90

【0044】ここで高調波歪み対策用チョークコイルは、電流測定周波数50kHz、測定磁束密度0.1Tでコア損失1000kW/m<sup>2</sup>以下、透磁率は60以上、直流重畳は70%以上が選定の基準となる。

【0045】なお、 $\delta/d$ はSIMSとXMAを用いて測定した。サンプル19は、 $\delta/d$ の測定値が $10^{-3}$ より小さかったが、それ以外のサンプルは、 $10^{-3} \leq \delta/d \leq 10^{-1}$ である関係を全体の磁性粉末の70%以上で満足していた。

【0046】(表1)の結果より明らかなように、磁性粉末として、Fe系、Fe-Si系、Fe-Al-Si系、Fe-Ni系、パーメンジュール、アモルファス、ナノ微結晶、またスペーシング材として、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO、TiO<sub>2</sub>、ZrO、SiO<sub>2</sub>、CaOの無機物が効果があることがわかる。

【0047】また、磁性粉末とスペーシング材からなる混合物を圧縮成形後、350℃以上の温度で熱処理することによって、透磁率、コア損失、直流重畳特性ともに効果があることがわかる。

【0048】また、特定の磁性粉末においては圧縮成形後の熱処理が無く特性を確保できるが、さらに特性を向上するためには350℃以上の温度で熱処理することが好ましい。

【0049】本発明は、磁性粉末Aとスペーシング材Bからなる混合物を圧縮成形した際に得られる複合磁性材料であって、スペーシング材Bにより磁性粉末A同士の隣り合う距離 $\delta$ が制御されていることを特徴とする複合磁性材料である。一般に、圧粉磁芯のインダクタンスL値は、直流重畳電流に対してなだらかに低下している。これは、圧粉磁芯の内部に存在する磁気スペースに分布幅があるためと考えられる。圧粉磁芯は樹脂等の結着剤で磁性粉同士を隔離しているが成形時のプレス等によ

り、その隔離距離、磁気スペース長に分布幅ができ、磁気スペース長が短い、あるいは接している所より磁束が短絡し飽和を始めるために、このような直流重畳特性を示す。このため、従来の圧粉磁芯は優れた直流重畳特性を確保するためには結着剤量を増加する等の手法で必要最低限以上の磁気スペース長を確実に設けたが、そのため磁芯全体としては透磁率の低下は避けられなかった。

【0050】本発明は、スペーシング材Bを用いることにより、必要最低限のスペース長を確保するとともに、全体としては磁気スペース分布幅を狭めることで高透磁率を維持したまま、優れた直流重畳特性を実現できる。また、磁性粉末を確実に隔離することより渦電流損失も低減できる。

【0051】なお、実施の形態以外の磁性粉末あるいは組成比であっても、磁性粉末AとしてFe系、Fe-Si系、Fe-Al-Si系、Fe-Ni系、パーメンジュール、アモルファス、ナノ微結晶の強磁性体のうち少なくとも1種類以上を含有する混合粉末、あるいは合金、固溶体でも同様の効果があることは言うまでもない。これらの金属磁性体は、飽和磁束密度、透磁率ともに高く、また製造方法たとえばアトマイズ粉法、粉碎粉法、超急冷法等の製造方法にはよらず同様な効果がある。またこれ以外の磁性材料でも、また、球状、扁平状等の粉体形状によらず同様な効果があることは言うまでもない。

【0052】スペーシング材Bとして、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO、TiO<sub>2</sub>、ZrO、SiO<sub>2</sub>、CaOの無機物の粉体は熱処理でも磁性粉末と反応しにくく、これ以外の無機物たとえばガラス等の粉末であっても、また扁平状の粉体であっても同様な効果があることは言うまでもない。

【0053】さらに、上記のスペーシング材Bを少なくとも1種類以上を含んだ混合粉末あるいは複合酸化物、

窒化物等でも同様の効果があることも言うまでもない。

【0054】磁性粉末Aとスペーシング材Bからなる混合物を圧縮成形後、熱処理することで成形時に生じる歪みを開放することができる。圧縮成形では $5\text{ t/cm}^2$ 以上の成形圧力がかかると、磁性体に歪みが生じ透磁率が劣化し、ヒステリシス損失が増大する。そこで、必要に応じ歪みを解放するために成形後に熱処理を施し、ヒステリシス損失を低減することが好ましい。

【0055】ここでの熱処理においては、金属磁性体の材質により歪取り温度は異なりFe-Al-Si系では600℃以上、Fe系では700℃以上、アモルファ

10

ス、ナノ微結晶等では高温では結晶化してしまうために350℃以上600℃以下の熱処理が好ましい。また、非酸化性雰囲気中で熱処理することがさらに望ましい。

【0056】（実施の形態2）（表2）に示すような金属磁性粉とスペーシング材とし、一軸プレス成形圧力 $10\text{ t/cm}^2$ 、熱処理温度を720℃とする他は実施の形態1と同様にサンプル23～27（実施例）とサンプル28、29（比較例）を作成し、評価を行った。

【0057】評価結果を（表2）に示す。

【0058】

【表2】

	サンプル No.	金属磁性粉		スペーシング材		透磁率	コア損失 (kW/m <sup>3</sup> )	直流損失 (%)
		組成	粒径 (μm)	組成	粒径 (μm)			
実施例	23	純鉄	100	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	105	878	81
	24	純鉄	50			87	491	86
	25	純鉄	10			76	224	88
	26	Fe-Al-Si	100	TiO <sub>2</sub>	10	74	532	90
	27	Fe-Al-Si	50			1	113	85
比較例	28	純鉄	120	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	124	1254	86
	29	Fe-Al-Si	100	TiO <sub>2</sub>	12	34	524	92

【0059】（表2）の結果より明らかなように、磁性粉末の平均粒径が100μm以下で効果があることがわかる。また、スペーシング材の平均粒径が10μm以下で効果があることがわかる。

【0060】ここで渦電流損失は、周波数の二乗と渦電流が流れるサイズの二乗に比例して増大するために、磁性粉末の表面を絶縁体で覆えば、渦電流は金属磁性粉体の粒径に依存するため、微細な方が渦電流損失は低減する。たとえば、高調波歪み対策用チョークコイルは、電流測定周波数50kHz、測定磁束密度0.1Tでコア損失1000kW/m<sup>3</sup>以下、またより好ましくは500kW/m<sup>3</sup>以下が望まれている。そのためには、50kHz以上の渦電流損失を低減するためには、理論計算より少なくとも平均粒径100μm以下であることが必要で、より好ましくは50μm以下である。また、金属磁性粉体の表面に5nm以上の酸化皮膜が形成されていれば、さらに絶縁性は確実となりより渦電流損失の低減に効果的である。

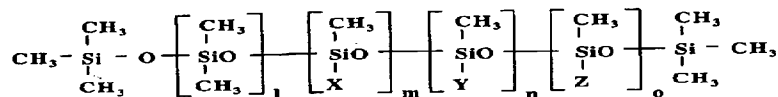
20

【0061】本実施の形態では、磁性粉末Aの隣り合う距離δをスペーシング材Bにより制御するが、圧縮成形するためスペーシング材Bが混合前の粒径を保っているのではなく成形後粉砕される可能性がある。しかしながら、スペーシング材Bの平均粒径が10μm以上になるとたとえ圧縮成形時に粉砕されて細くなるもののそのバラツキは大きく磁気スペースδの分布幅が大きくなるので好ましくない。

【0062】（実施の形態3）金属磁性粉末（Fe-Al-Si）はセンダスト組成であるSi-9%、Al-5%、残部Feで平均粒径100μm以下のアトマイズ粉を用いた。スペーシング材として有機物は平均粒径3μm以下のシリコン樹脂粉末、フッ素樹脂粉末、ベンゾクアナミン樹脂粉末および以下に示すような有機化合物Cを用いた。

【0063】

【化5】



【0064】但し、上記一般式において、Xはアルコキシシリル基、Yは有機官能基、Zは有機ユニットである。

【0065】さらに、混合工程で用いる結着剤を1重量部とし、熱処理温度を750℃とする他は実施の形態1

30

と同様にサンプル30～33（実施例）とサンプル34（比較例）を作製し、評価を行った。

【0066】評価結果を（表3）に示す。

【0067】

【表3】



	サンプル No.	スペーシング材	透磁率	コア損失 (kW/m <sup>3</sup> )	直流重量 (%)
実施例	30	シリコン樹脂粉末	88	396	87
	31	フッ素樹脂粉末	96	511	91
	32	ベンゾクアナミン樹脂粉末	90	455	85
	33	有機化合物C	111	370	89
比較例	34	無し	96	1260	60

【0068】なお、サンプル34は、 $\delta/d$ の測定値が $10^{-3}$ より小さかったが、それ以外のサンプルは $10^{-3} \leq \delta/d \leq 10^{-1}$ である関係を全体の磁性粉末の70%以上で満足していた。

【0069】(表3)の結果より明らかなように、スペーシング材として有機物の添加による効果がわかる。

【0070】有機物により磁性粉末A同士の隣り合う距離 $\delta$ を制御でき、複合磁性材料の透磁率、直流重量特性を制御することができる。

【0071】ここで、磁性粉末A同士の隣り合う距離 $\delta$ をスペーシング材Bにより制御するために、その粒子径は重要であり、より微粒子なものが好ましい。また、有機粉末は圧縮成形時に変形しやすく磁性粉末A同士を結着する効果も期待できるために圧縮成形物の強度が高い。

【0072】ここで本実施の形態に有機物として用いた粉末は、シリコン樹脂粉末、あるいはフッ素樹脂粉末、あるいはベンゾクアナミン樹脂粉末のいずれかであり、耐熱性が高いために熱処理工程後もスペーシング材としての効果を維持出来る。本実施の形態に用いた他にも微粒子で耐熱性が高いものであれば使用可能で同様の効果があることは言うまでもない。

【0073】また、有機化合物Cはスペーシング材として磁性粉末Aを覆うとともに結合剤の弾性を低下させ粉末性成形性を向上するとともに粉末成形後の成形体のスプリングバックも抑制出来る。また、耐熱性も高いので熱処理後もスペーシング材としての効果を保持する。ここで、この有機化合物Cの分子量は数万以下さらに、より好ましくは5000程度である。

【0074】ここで、有機物は有機化合物Cと基本構成が同様であれば末端の官能基を変更するなどしても同じような効果を示すことは言うまでもない。

【0075】また、これらの有機物の添加量は磁性粉末100重量部に対して0.1~5重量部がスペーシング材として有効であり磁性粉末A同士の隣り合う距離が制御できる。有機化合物が0.1重量部より少ないとスペーシング材として有効で無く、また、5重量部より多いと磁性粉末の充填率が低下するために磁気特性が低下する。

【0076】(実施の形態4) スペーシング材を有機化合物Cとし一軸プレス成形圧力を調整し $\sigma/d$ を変更

する他は実施の形態3と同様にサンプル35~37(実施例)とサンプル38, 39(比較例)を作製し、評価を行った。

【0077】評価結果を(表4)に示す。

【0078】

【表4】

	サンプル No.	$\delta/d$	透磁率	コア損失 (kW/m <sup>3</sup> )	直流重量 (%)
実施例	35	$10^{-3}$	110	620	85
	36	$10^{-2}$	100	370	89
	37	$10^{-1}$	80	400	93
比較例	38	$10^0$	30	750	80
	39	$10^{-4}$	120	980	63

【0079】(表4)の結果より明らかなように、良好な直流重量特性と透磁率を両立するためには、 $10^{-3} \leq \delta/d \leq 10^{-1}$ である関係を満足していることが必要である。

【0080】ここで、一般に磁性粉末の真の透磁率を $\mu_r$ 、磁芯の実効透磁率を $\mu_e$ とすると、次の式のような関係が示される。

$$【0081】\mu_e \approx \mu_r / (1 + \mu_r \cdot \delta/d)$$

$\delta/d$ の下限は、最低限必要な直流重量特性より決まり、 $\delta/d$ 上限は必要な透磁率で決まってくる。良好な特性を実現するためには $10^{-3} \leq \delta/d \leq 10^{-1}$ である関係を全体の磁性粉末の70%以上で満足していることが必要であり、より好ましくは、 $10^{-3} \leq \delta/d \leq 10^{-2}$ である。

【0082】本発明は、スペーシング材Bの種類、粒径、粒度分布等を変化させることで、 $\delta$ を制御し複合磁性材料の透磁率、直流重量特性を制御することができる。

【0083】(実施の形態5) スペーシング材を平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下のTi, Siとし、熱処理温度を750℃とする他は実施の形態1と同様に(表5)に示すような金属粉末の組成、スペーシング材の種類でサンプル40~45(実施例)とサンプル46(比較例)を作製し、評価を行った。

【0084】評価結果を(表5)に示す。

【0085】

【表5】

	サンプル No.	金属磁性粉	スペーシ ング材	透磁率	コア損失 (kW/m <sup>2</sup> )	直流重量 (%)
実施例	40	Fe-Al-Si	Ti	89	722	88
	41	純鉄		78	607	91
	42	Fe-Si		126	867	84
	43	Fe-Ni		153	726	77
	44	パーメンジュール		70	808	85
	45	Fe-Al-Si	Si	91	713	89
比較例	46	Fe-Al-Si	無し	96	1260	60

【0086】サンプル46は、 $\delta/d$ の測定値が $10^{-3}$ より小さかったが、それ以外のサンプルは、 $10^{-3} \leq \delta/d \leq 10^{-1}$ である関係を全体の磁性粉末の70%以上で満足していた。

【0087】(表5)の結果より明らかなように、磁性粉末として、Fe系、Fe-Si系、Fe-Al-Si系、Fe-Ni系、パーメンジュールにスペーシング材として、金属Ti、Siの添加による効果がわかる。

【0088】なお、上記のスペーシング材以外の金属材料でも磁性粉末と熱処理中に反応しにくいものであれば同様の効果があり金属粉末を混合して用いても同様の効果があることは言うまでもない。

【0089】本発明では、金属により磁性粉末A同士の隣り合う距離 $\delta$ を制御でき、複合磁性材料の透磁率、直流重量特性を制御することができる。例えば、Ti、Si、Al、Fe、Mg、Zrなどの金属が挙げられる。

【0090】金属は圧縮成形時に変形しやすく磁性粉末A同士を結着する効果も期待できるために圧縮成形物の強度が高く、磁性粉末A同士の隣り合う距離 $\delta$ を制御でき、複合磁性材料の透磁率、直流重量特性を制御することができる。

【0091】(実施の形態6)金属磁性粉末はFe-Al-Siはセンダスト組成であるSi-9%、Al-5%、残部Feの平均粒径 $100\mu\text{m}$ 以下のアトマイズ粉、スペーシング材はAlを用い、一軸プレス成形圧力 $8\text{t/cm}^2$ とし、(表6)に示すように熱処理温度を変更する他は実施の形態5と同様に47、48(実施例)とサンプル49(比較例)を作製し、評価を行った。

【0092】評価結果を(表6)に示す。

【0093】

【表6】

	サンプル No.	熱処理 温度 (°C)	透磁率	コア損失 (kW/m <sup>2</sup> )	直流重量 (%)
実施例	47	500	45	600	91
	48	600	65	550	91
比較例	49	700	25	2000	97

【0094】(表6)の結果より明らかなように、Alの融点 $660^\circ\text{C}$ を越える温度で熱処理を行うと金属の溶融が起こりスペーシング材効果がなくなり特性が大幅に劣化する。融点より低い熱処理温度であると良好な特性

を示す。

【0095】スペーシング材として融点が熱処理温度より高い金属粉末を用いることにより、実施の形態5における効果と同時に、熱処理時に溶融も起こらないためにスペーシング材として有効であり、磁性粉末A同士の隣り合う距離を精密に制御でき、必要最低限の磁気スペース長を確保するとともに、全体としては磁気スペース分布幅を狭めることで高透磁率を維持したまま、良好な直流重量特性を実現でき、磁性粉末同士を確実に隔離することにより渦電流損失も低減できる。

【0096】(実施の形態7)スペーシング材はTiを用い、スペーシング材の平均粒径を(表7)のようにまた、熱処理温度を $750^\circ\text{C}$ にする他は実施の形態6と同様にサンプル50~52(実施例)とサンプル53(比較例)を作製し、評価を行った。

【0097】評価結果を(表7)に示す。

【0098】

【表7】

	サンプル No.	平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	透磁率	コア損失 (kW/m <sup>2</sup> )	直流重量 (%)
実施例	50	20	56	500	91
	51	10	74	530	90
	52	1	110	610	85
比較例	53	25	34	520	92

【0099】(表7)の結果より明らかなように、スペーシング材の平均粒子径が $20\mu\text{m}$ 以下で効果があることが分かる。

【0100】本発明では、圧縮成形の工程を経て複合磁性材料を得るためにスペーシング材Bが混合前の粒径を保っているのではなく成形後金属粒子が変形し圧延され磁気スペースが小さくなる可能性がある。しかしながら、スペーシング材Bの平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以上になるとたとえ圧縮成形時に変形し磁気スペースが小さくなるとしてもそのバラツキは大きく磁気スペース $\delta$ の分布幅が大きくなるので好ましくない。

【0101】(実施の形態8)スペーシング材として粒径 $5\mu\text{m}$ の $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、粒径 $10\mu\text{m}$ のTi、粒径 $1\mu\text{m}$ のシリコン樹脂粉末、有機化合物Cを(表8)に示すような組み合わせでスペーシング材総量として1重量部になるように等量ずつ配合し、一軸プレス成形圧力 $10\text{t/cm}^2$ 、熱処理温度を $700^\circ\text{C}$ とする他は実施の形

態 7 と同様にサンプル 5 4 ～ 5 9 (実施例) とサンプル 6 0 (比較例) を作製し、評価を行った。

【 0 1 0 2 】 評価結果を (表 8) に示す。

	サ ン プ ル No.	ス ペ ー シ ン グ 材	ス ペ ー シ ン グ 材	透 磁 率	コ ア 損 失 (kW/m³)	直 流 重 量 (%)
実施例	54	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ti	86	603	92
	55		シリコン樹脂粉末	88	552	89
	56		有機化合物 C	110	728	84
	57	Ti	シリコン樹脂粉末	90	666	83
	58		有機化合物 C	96	543	87
	59		シリコン樹脂粉末	102	501	84
比較例	60	無し	無し	92	1188	60

【 0 1 0 4 】 サンプル 6 0 は、 $\delta / d$  の測定値が  $1 0^{-3}$  より小さかったが、それ以外のサンプルは、 $1 0^{-3} \leq \delta / d \leq 1 0^{-1}$  である関係を全体の磁性粉末の 7 0 % 以上で満足していた。

【 0 1 0 5 】 (表 8) の結果から明らかなように、各スペーシング材の組み合わせにおいて効果があることが分かる。

【 0 1 0 6 】 本実施の形態では 2 種類の組み合わせを示したが、これ以外にさらに多くの種類を組み合わせても有効であり、他のどのような組み合わせでも同様の効果を得られることは言うまでもない。

【 0 1 0 7 】 スペーシング材として無機物、有機物、金属のうち少なくとも 2 種類以上含み、スペーシング材の種類の組み合わせにより複合磁性材料の透磁率、直流重

量特性を制御することができる。

【 0 1 0 8 】 (実施の形態 9) スペーシング材として粒径  $5 \mu\text{m}$  で組成が  $\text{Ni} - 78.5\%$ 、残部  $\text{Fe}$  の  $\text{Fe} - \text{Ni}$  を用い、粉体の熱処理条件を変更することで透磁率を 1500、1000、900、100、10 に調整したものを用い、一軸プレス成形圧力  $7 \text{ t/cm}^2$  とした他は実施の形態 8 と同様にサンプル 6 1 ～ 6 3 (実施例) とサンプル 6 4、6 5 (比較例) を作製し、評価を行った。

【 0 1 0 9 】 なお、金属磁性体として用いた  $\text{Fe} - \text{Al} - \text{Si}$  の透磁率は 1000 であった。

【 0 1 1 0 】 評価結果を (表 9) に示す。

【 0 1 1 1 】

【表 9】

	サ ン プ ル No.	ス ペ ー シ ン グ 材 の 透 磁 率	透 磁 率	コ ア 損 失 (kW/m³)	直 流 重 量 (%)
実施例	61	900	160	766	75
	62	100	110	820	82
	63	10	90	750	84
比較例	64	1000	165	760	65
	65	1500	188	763	63

【 0 1 1 2 】 (表 9) の結果から明らかなように、スペーシング材が必ずしも非磁性でなくてもスペーシング材の透磁率が金属磁性粉の透磁率より小さいことで、スペーシング材が結果として磁気スペースとなり磁性粉末 A 同士の間隔  $\delta$  を変化させることで、複合磁性材料の透磁率、直流重量特性を制御することができる。

【 0 1 1 3 】 (実施の形態 10) 金属磁性粉末として  $\text{Fe} - \text{Ni}$  ( $\text{Ni} - 78.5\%$ 、残部  $\text{Fe}$ ) の平均粒子径  $100 \mu\text{m}$  以下の粒度分布の異なる粉碎粉、スペーシング材は平均粒径  $10 \mu\text{m}$  以下の  $\text{Ti}$  を用い、熱処理温度を  $680^\circ\text{C}$  とし含浸材を (表 10) に示すようにし、一

軸プレス成形圧力と金属磁性粉の粒度分布により空隙率を変更する他は実施の形態 1 と同様にサンプル 6 6 ～ 6 9 (実施例) とサンプル 7 0 ～ 7 2 (比較例) を作製し、評価を行った。

【 0 1 1 4 】 破断強度はヘッドスピード  $0.5 \text{ mm/min}$  で 3 点曲げ試験で測定した。評価結果を (表 10) に示す。たとえば、高調波歪み対策用チョークコイルは破断強度が  $20 \text{ N/mm}^2$  以上が好ましい。

【 0 1 1 5 】

【表 10】

	サンプル No.	空孔率 (%)	含浸材	透磁率	コア損失 (kW/m <sup>2</sup> )	磁断強度 (N/mm <sup>2</sup> )
実施例	66	5	エポキシ樹脂	87	760	27
	67	10		79	870	35
	68	50		47	880	49
	69	10	シリコン樹脂	78	850	32
	70	3	エポキシ樹脂	98	620	12
比較例	71	55	無し	34	950	52
	72	20		75	850	≤ 1

【0116】（表10）の結果より明らかなように、熱処理後の空孔率が全体の50%以上50%以下である複合磁性材料を、絶縁性含浸剤で含浸することにより機械的強度が向上していることがわかる。また、信頼性試験に於いても問題がなかった。

【0117】絶縁性含浸剤で含浸することでコア強度を向上することができる。さらに、絶縁性含浸剤で含浸することは金属磁性体の防錆、表面高抵抗化等にも有効である。含浸の方法としては、通常の浸漬のほかに真空含浸や加圧含浸を行うことでコア内部に含浸剤が入り込むことでさらに効果を高めることができる。

【0118】含浸の効果を高めるには、熱処理後の空孔率が全体の50%以上50%以下であることが重要である。一般に空孔率が全体の50%以上になるとオープンポアになるため、コア内部まで含浸剤が入り込み機械的強度、信頼性ともに向上する。また、空

孔率が50%以上になると磁気特性が劣化するために好ましくない。

【0119】絶縁性含浸剤として、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、塩化ビニル樹脂、ブチラル樹脂、有機シリコン樹脂、無機シリコン樹脂などの汎用の樹脂を使用目的に応じて用いることができる。材料選定の基準としては、対半田耐熱、ヒートサイクル等の熱衝撃に強いこと、抵抗値などが挙げられる。

【0120】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように本発明は、コア損失が低く透磁率が高くかつ良好な直流重量特性を有する複合磁性材料を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の複合磁性材料の製造方法を示すフローチャート

【図1】

